

(51)

Int. Cl. 2:

**B 01 J 17/14**

(19) **BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**

B 01 J 17/16

**DEUTSCHES PATENTAMT**



**DT 26 53 414 A 1**

(11)

# **Offenlegungsschrift 26 53 414**

(21)

Aktenzeichen:

P 26 53 414.5

(22)

Anmeldetag:

24. 11. 76

(43)

Offenlegungstag:

30. 6. 77

(30)

Unionspriorität:

(32) (33) (31)

25. 11. 75 Frankreich 7535997

(54)

Bezeichnung:

Kristallisationsofen

(71)

Anmelder:

Commissariat a l'Energie Atomique, Paris

(74)

Vertreter:

Kador, U., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Klunker, H.-F., Dr.-Ing.;  
Pat.-Anwälte, 8000 München

(72)

Erfinder:

Brunet-Jailly, Alain, Gieres; Gallet, Jean, Grenoble;  
Pelliciani, Bernard, St. Egreve; Schaub, Bernard,  
Grenoble (Frankreich)

**DT 26 53 414 A 1**

PATENTANSPRÜCHE

1. Kristallisationsofen mit einem mit einer Lösung eines zu kristallisierenden gelösten Stoffs in einem Lösungsmittel gefüllten, in einem heizenden Raum angeordneten Schiffchen, Heizeinrichtungen zum Aufbau eines Temperaturprofils entlang der Achse des Raums und Einrichtungen zum Verschieben des Schiffchens entlang der Achse, dadurch gekennzeichnet, daß er außerdem folgende Einrichtungen aufweist:

Eine Einrichtung A zum Steuern der Ist-Geschwindigkeit der Verschiebung des Schiffchens,

eine Einrichtung B zum Messen der Temperatur  $T_{\max}(t)$  im Innern des Raums als Funktion der Zeit bei einem Niveau, auf dem die Temperatur praktisch maximal ist,

eine mit der Einrichtung A verbundene Einrichtung C zum Berechnen, als Funktion der Verschiebungsgeschwindigkeit des Schiffchens, der Konzentration an gelöstem Stoff des Lösungsmittels und der Kristallisationstemperatur  $T(t)$  der Flüssigkeit entsprechend dieser Konzentration als Funktion der Zeit  $t$ ,

eine Einrichtung D zum Steuern bzw. Regeln der Heizeinrichtungen, so daß für jeden Zeitwert  $t$  die Maximaltemperatur  $T_{\max}(t)$  der Summe der Temperatur  $T(t)$  und einer Temperaturdifferenz  $\Delta T$  von konstantem Wert gleich ist.

2. Kristallisationsofen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Raum des Ofens offen und das Schiff-

. 2.

chen geschlossen ist.

3. Kristallisationsofen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Raum des Ofens offen ist und daß der Ofen außerdem eine unten im Raum angeordnete Einlaßleitung und eine oben angeordnete Auslaßleitung sowie eine Gaszufuhrquelle in der Einlaßleitung aufweist.

4. Kristallisationsofen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Raum des Ofens geschlossen ist und mit einem Gas gefüllt ist.

5. Kristallisationsofen nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Gas ein inertes, reduzierendes, oxydierendes oder ein ein Dotierungsmittel in gasförmigem Zustand enthaltendes Gas ist.

6. Kristallisationsofen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Heizeinrichtungen zum Aufbau eines Temperaturprofils im Innern des Ofenraums aus einer Reihe von Heizwendeln mit Widerstandsheizung bestehen, die den Raum umgeben, wobei die Temperatur in der unmittelbaren Umgebung jeder Wendel durch die Einrichtung D regelbar ist.

Patentanwälte Kador & Klunker Knebelstr. 36 8 München 22

DR. ING. H. F. KLUNKER (DIPL. ING.)  
DR. RER. NAT. U. KADOR (DIPL. CHEM.)

Knebelstrasse 36  
D-8 München 22  
Am Max-II-Denkmal  
Telefon: 089-224164  
Telegramm: helpat  
Telex: 5-22903

Ihr Zeichen:/Your ref.:

Unser Zeichen:/Our ref.: K 11 710 Tag/Date 23. Nov. 19

Betr.:/Re:

COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE  
29, rue de la Fédération  
Paris 75015/Frankreich

---

KRISTALLISATIONSOFFEN

---

Die Erfindung betrifft einen Kristallisationsofen für die Gewinnung von Einkristallen.

Der erfindungsgemäße Ofen findet insbesondere für die Gewinnung von Einkristallen nach der Methode Anwendung, die mit "Aufbrauch der Lösung" bezeichnet wird, einer Methode, nach der man eine Lösung eines in einem Lösungsmittel gelösten Stoffs verschiebt, so daß dieser gelöste Stoff beim Abkühlen der Lösung des gelösten Stoffs in dem Lösungsmittel

VAL  
KE

4.

auskristallisiert. Diese Kristallisationsmethode, bei der sich der zu kristallisierende gelöste Stoff in einem Lösungsmittel befindet, bietet im allgemeinen als Hauptvorteil eine Kristallisation bei tieferer Temperatur als die Kristallisation des gelösten Stoffs allein, was einem Kristall bessere kristallographische Eigenschaften verleiht. Der erfindungsgemäße Kristallisationsofen kann indessen auch auf andere Arten der Gewinnung von Einkristallen Anwendung finden, insbesondere auf die Reinigung durch Verflüssigung und Rekristallisation.

Der erfindungsgemäße Kristallisationsofen findet auf alle Kristallisationsverfahren Anwendung, bei denen man von einem Produkt (gelöster Stoff und Lösungsmittel) in flüssigem Zustand ausgeht, das in einem senkrechten Schiffchen von praktisch zylindrischer Form enthalten ist, welches man nach unten in einem Wärmeprofil verschiebt, so daß im unteren Teil des Schiffchens der gelöste Stoff langsam von unten nach oben auskristallisiert; die Güte des Einkristalls ist stark von der Präzision und der Stabilität des Wärmeprofiles abhängig, in dem sich das den zu kristallisierenden Körper enthaltene Schiffchen verschiebt.

In diesen Kristallisationsöfen bewegt sich das Schiffchen im allgemeinen senkrecht; diese in herkömmlicher Weise verwendeten Öfen weisen Heizeinrichtungen auf, die ein axial zum Ofeninneren liegendes Wärmeprofil aufzubauen gestatten, und Einrichtungen zum linearen Verschieben des den zu kristallisierenden Körper enthaltenden Schiffchens relativ zum Ofen. Diese Ofentypen erlauben es jedoch nicht immer, nach der Methode des Aufbrauchs der Lösung Kristalle guter Qualität zu erhalten. Tatsächlich ändern sich die Arbeitsbedingungen für den Kristall mit der Zeit: Zu Beginn der Kristallisation werden die Arbeitsbedingungen (Erhitzen des Ofens zur Erzeugung des axialen Wärmeprofiles und Verschiebungsgeschwindigkeit des Schiffchens) so gewählt, daß die Kristallisation in einem Bereich des Ofens

5.

erfolgt, wo die Gradienten gemäß der Achse des Schiffchens maximal sind, und wenn der Quergradient Null ist, so, daß eine waagrechte und ebene Kristallisationsgrenzfläche geschaffen wird; im Verlauf der Kristallisation unterliegt die Konzentration des gelösten Stoffsin der Lösung einer Entwicklung (tatsächlich verringert sich, da der gelöste Stoff allein auskristallisiert, dessen Gehalt im Lösungsmittel); daraus resultiert eine Änderung der Kristallisationstemperatur des gelösten Stoffs in dem Lösungsmittel und damit eine relative Verschiebung der Grenzfläche in dem festen, axialen, im Ofen geschaffenen Temperaturprofil. Diese Phänomen hat insbesondere eine Verformung der Grenzfläche zur Folge, da die Kristallisation nun an einer Stelle stattfindet, an der die Temperaturverteilung weniger genau gesteuert wird, d.h., wo die Quergradienten nicht Null sind. Zudem können, da die Kristallisationsgrenzfläche sich im Temperaturprofil verschiebt, die Kristallisationsbedingungen im allgemeinen nicht optimal gesteuert werden.

Im häufigsten Falle, wo das den gelösten Stoff und das Lösungsmittel enthaltende Schiffchen sich relativ zum Ofen verschiebt, erlaubt der erfindungsgemäße Kristallisationsofen als Funktion der Verschiebungsgeschwindigkeit des Schiffchens und der Kristallisationseigenschaften des gelösten Stoffs in dem Lösungsmittel die kontinuierliche Anpassung der Position der Solidus/Liquidus-Grenzfläche derart, daß diese im Zeitablauf relativ zum Kristallisationsofen fest bleibt. So befindet sich die Kristallisationsgrenzfläche stets an der gleichen Stelle des Ofens in einem axial maximalen und transversal Null betragenden Temperaturgradienten.

Auf diese Weise ist, da die Lage der Grenzfläche bezüglich der Heizeinrichtungen des Kristallisationsofens unverändert bleibt, die Kristallisationsgeschwindigkeit gleich der Verschiebungsgeschwindigkeit des Schiffchens. In den Vorrichtungen gemäß

6.

dem Stand der Technik ist, da die Kristallisationsgrenzfläche sich bezüglich der Heizeinrichtung des Ofens verschiebt, die Kristallisationsgeschwindigkeit nicht gleich der des Schiffchens, sondern der Differenz zwischen der Verschiebungsgeschwindigkeit der Grenzfläche und der Schiffchengeschwindigkeit, was es nicht erlaubt, wie bereits gezeigt, die Arbeitsbedingungen präzise zu steuern.

So schließt der erfindungsgemäß verwendete Kristallisationsofen in klassischer Weise ein mit einem Gemisch von gelöstem, zu kristallisierendem Stoff in einem Lösungsmittel gefülltes Schiffchen ein, das in einem aufheizenden umschlossenen Raum angeordnet ist, ferner Heizeinrichtungen zum Aufbau eines Temperaturprofils in Richtung der Achse dieses Raums und Einrichtungen zum Verschieben des Schiffchens entlang dieser Achse. Der erfindungsgemäße Kristallisationsofen weist außerdem folgende Einrichtungen auf:

Eine Einrichtung A zur Steuerung der Ist-Geschwindigkeit der Verschiebung des Schiffchens, z.B. eine Tachometervorrichtung, deren Sollpunkt oder Einstellpunkt durch C gesteuert wird, und die die Motordrehzahl steuert,

eine Einrichtung B zur Messung der Temperatur  $T_{\max}(t)$  als Funktion der Zeit  $t$  im Innern des geschlossenen Raums an einem Punkt, an dem die Temperatur praktisch einen Maximalwert hat, z.B. ein Verstärker, der die von einem Thermopaar gelieferte Spannung verstärkt,

eine Einrichtung C, die mit der Einrichtung A verbunden ist, um als Funktion der Schiffchen-Verschiebungsgeschwindigkeit die Konzentration an gelöstem Stoff des Lösungsmittels und die Kristallisationstemperatur  $T(t)$  des dieser Konzentration in dem Lösungsmittel entsprechenden gelösten Stoffs als Funktion der Zeit  $t$  zu berechnen; C ist z.B. ein Kleinrechner;

.7.

eine Einrichtung D zum Regeln der Heizeinrichtung, so daß die Temperatur  $T_{\max}(t)$  gleich der Summe der Temperatur  $T(t)$  und einer Temperaturänderung  $\Delta T$  von konstantem Wert ist, wobei die Einrichtung D von der Einrichtung C gesteuert wird.

Die Einrichtungen D bestehen z.B. aus einer Verstärkereinheit, die  $n$  Leistungsstufen steuert, z.B. Thyristor-Stufen, denen  $n$  Spartransformatoren nachgeschaltet sind, die es erlauben, die Gesamtleistung auf die verschiedenen Wicklungen des Ofens zu verteilen.

Die genaue Kenntnis der Konzentration des gelösten Stoffs im Lösungsmittel erlaubt jederzeit die Kristallisationstemperatur des gelösten Stoffs im Lösungsmittel zu berechnen und so die Maximaltemperatur des geschlossenen Raums über der Kristallisationsgrenzfläche einzustellen, so daß der Abstand  $\delta i$  zwischen dem Niveau des Plateaus maximaler Temperatur und dem Kristallisationsniveau auf konstantem Wert bleibt, und daß die Kristallisationstemperatur  $T(t)$  auf gleichem Niveau des umschlossenen Raums eingestellt wird.

Der Raum, in dem das Schiffchen sich bewegt, kann mit einem oxydierenden, reduzierenden, inerten oder ein gasförmiges Dotierungsmittel enthaltenden Gas gespült werden, das z.B. von unten nach oben strömt. In diesem Falle arbeitet der Ofen mit einem offenen Raum. Man kann aber ebenso mit geschlossenem Raum arbeiten, indem der gesamte Raum mit einem vorgegebenen Gas gefüllt, dann der Raum geschlossen und schließlich mit dem Kristallisationsvorgang begonnen wird. Beide Fälle erfordern die Verwendung eines offenen Schiffchens. Eine Variante besteht in der Verwendung eines offenen Raumes und eines geschlossenen Schiffchens, in das gegebenenfalls ein neutrales, reduzierendes, oxydierendes Gas oder ein Dotierungsmittel gegeben wurde.



- 9 -

Weitere Merkmale und Vorteile der Erfindung ergeben sich aus der nachfolgenden Beschreibung eines Ausführungsbeispiels, das lediglich der Veranschaulichung dient, jedoch keineswegs beschränkend zu verstehen ist, und zwar unter Bezugnahme auf die Figuren; von diesen zeigt

Fig. 1 eine allgemeine Schemadarstellung des erfindungsgemäßen Kristallisationsofens und

Fig. 2 ein erläuterndes Schema, das die Entwicklung der Kristallisationstemperatur als Funktion der Konzentrationen und folglich der Zeit wiedergibt.

In Fig. 1 ist ein umschlossener Raum 2 dargestellt, der mit Heizeinrichtungen, die aus einer Vielzahl von Heizwendeln, wie bei 4, bestehen, durch Widerstandsheizung erhitzt werden und zur Achse 6 des Raumes koaxial liegen, und einem Schiffchen 8 ausgestattet, das die Lösung 10 des gelösten Stoffs in dem flüssigen Lösungsmittel aufnimmt. Das Schiffchen verschiebt sich entsprechend dem Pfeil 12 nach unten, betätigt durch einen Motor 14, was gleichfalls den mit dem Schiffchen 8 fest verbundenen Arm 16 entsprechend dem Pfeil 18 sich drehen läßt. Die Heizringe 4 erlauben dank der Zufuhr D den Aufbau eines Wärmeprofiles im Inneren des Raumes, was in Fig. 2 im einzelnen dargestellt ist. Die Zuführung jedes Widerstandsheizrings 4 ist unabhängig. Die in Fig. 1 dargestellte Vorrichtung weist ein Zuführungsrohr 20 für Gas auf, das aus einer Quelle 22 kommt, unten eintritt und oben bei 23 z.B. durch eine Pumpe 24 abgesaugt wird. Dieses Gas ist ein inertes, reduzierendes, oxydierendes Gas oder enthält Dotierungsmittel in gasförmigem Zustand. Der obere Teil 11 des Schiffchens ist offen. Der Kristallisationsofen weist ebenfalls ein Thermopaar 26 auf, das mit der Einrichtung B zum Messen der Temperatur  $T_{\max}(t)$  im Inneren des Raums beim Niveau  $N_2$  verbunden ist, dem Ordinate-Niveau  $z_2$ , wo die Temperatur des Raums maximal ist. Die Kristallisationsgrenzfläche 30 liegt auf dem Niveau  $N_1$  der

9.

Ordinate  $z_1$ . Unter dem Niveau  $N_1$  bei 32 ist der in dem Gemisch gelöster Stoff/Lösungsmittel 10 enthaltene gelöste Stoff kristallisiert. Der erfindungsgemäße Ofen ermöglicht es, die Kristallisationsgrenzfläche 30 auf einem Niveau  $z_1$  zu halten, das bezüglich des Raums konstant ist, wobei der Temperaturunterschied zwischen den Niveaus  $N_1$  und  $N_2$  der Ordinate bezüglich  $z_1$  und  $z_2$  ( $\delta i = z_2 - z_1$ ) konstant ist. Der umschlossene Raum 2 besteht z.B. aus refraktärem Aluminiumoxid und das Schiffchen 8 aus Quarz. Die Temperaturmeßeinrichtung B, die mit dem Thermopaar 26 verbunden ist, gewährleistet, daß diese Temperatur  $T_{\max}(t)$  den von der Quelle D gesteuerten Wert hat. Die Einrichtung C ermöglicht es, in Funktion der Verschiebungsgeschwindigkeit des Schiffchens nach unten die Konzentration des gelösten Stoffs des Lösungsmittels und folglich die Kristallisationstemperatur  $T(t)$  des gelösten Stoffs in dem Lösungsmittel 10 zu berechnen. Der Motor 14 für die lineare Verschiebung wird durch die Einrichtung A gesteuert oder betätigt; die Einrichtung C ist mit der Einrichtung A verbunden, um über die Leitung 40 Anweisungen für die Temperaturprogrammierung des Ofens, bestimmt durch die Einrichtung D, weiterzugeben. Die Einrichtung C kann z.B. ein Kleinrechner oder jedes System sein, das es erlaubt, die genauer unter Bezugnahme auf Fig. 2 beschriebenen Operationen zu realisieren.

Die Arbeitsweise des erfindungsgemäßen Kristallisationsofens ist wie folgt:

Man füllt das Schiffchen 8 mit einem Gemisch von gelöstem Stoff/Lösungsmittel. Die lineare Verschiebungsgeschwindigkeit des Schiffchens kann konstant sein, aber unterhalb einer kritischen Geschwindigkeit gewählt werden, wo das Phänomen der konstitutionellen Unterkühlung auftritt oder, wenn gewünscht, kontinuierlich abnimmt. Diese Geschwindigkeitsangaben werden in die Einrichtung C geschickt, wo diese Verschie-

10.

bungsgeschwindigkeit integriert wird, um zu bestimmen, welches die Konzentration an gelöstem Stoff im Lösungsmittel 10 als Funktion der Zeit ist. Als Funktion dieser Konzentration stellt die von der Einrichtung C gesteuerte Einrichtung D die Temperatur des Niveaus  $N_2$  der Ordinate  $z_2$  so ein, daß die Temperaturspanne zwischen Niveaus  $N_1$  und  $N_2$  von guter Konstanz ist, wobei die Temperatur beim Niveau  $N_1$  so ist, daß sie der Kristallisationstemperatur des gelösten Stoffs im Lösungsmittel bei der bestimmten Konzentration entspricht. Die mit dem Thermopaar 26 verbundene Einrichtung B ermöglicht die Einstellung des maximalen Temperaturwerts beim Niveau  $N_2$ .

In Fig. 2 ist ein Schema dargestellt, das die Funktionsweise des erfindungsgemäßen Kristallisationsofens besser veranschaulicht. Das Schiffchen 8 ist bei 50 in einer ersten Position dargestellt, die der Anfangsposition der Kristallisation entspricht, und bei 52 in einer zweiten Position nach einer Zeit  $t$ , einer Zeit, während der die Masse 32 des gelösten Stoffs kristallisiert ist. Die Niveaus  $N_1$  und  $N_2$  der Ordinatenwerte  $z_1$  und  $z_2$  sind bezüglich der Achse Oz des geschlossenen Raums des Ofens dargestellt. Auf der Abszisse ist die Temperaturachse dargestellt; die Kurven 54 und 56 stellen dabei die Temperaturgradienten in dem Raum dar und zeigen eine Krümmung als Funktion der Zeit. Die Kurve 54 entspricht dem Anfangstemperaturprofil, und die Kurve 56 entspricht dem Temperaturprofil zur Zeit  $t$ . Die Spanne  $\Delta T$  zwischen den Temperaturen bei den Niveaus  $N_2$  und  $N_1$  zum Anfangszeitpunkt bestimmt den Temperaturgradienten,

$$G = \frac{T_{\max}(t) - T(t)}{\delta i}. \text{ Die maximale Anfangstemperatur ist } T_{\max}(0) \text{ und liegt um } \Delta T \text{ über der Temperatur } T(0) \text{ der Grenzfläche. Auf den Kurven 54 und 56, die das entsprechend Oz für zwei Zeitwerte } t \text{ gemessene Temperaturprofil}$$

ratur ist  $T_{\max}(0)$  und liegt um  $\Delta T$  über der Temperatur  $T(0)$  der Grenzfläche. Auf den Kurven 54 und 56, die das entsprechend Oz für zwei Zeitwerte  $t$  gemessene Temperaturprofil

darstellen, sieht man, daß die gleiche Spanne  $\Delta T$  zwischen den Temperaturen  $T_{\max}(t)$  und  $T(t)$  konstant bleibt. Die Maximaltemperaturen im Ofen beim Niveau  $N_2$ ,  $T_{\max}(t)$ , werden mit Hilfe der Kurve 58 berechnet, auf der als Funktion der Konzentration  $x$  des gelösten Stoffs in dem Lösungsmittel die Kristallisationstemperatur  $T(t)$  des gelösten Stoffs in dem Lösungsmittel dargestellt ist. Man sieht, daß, ausgehend von einer Anfangskonzentration  $x(0)$  im Anfangszeitpunkt, was der Kristallisationstemperatur des gelösten Stoffs  $T(0)$  entspricht, die Konzentration  $x(t)$  mit der Zeit abnimmt, ebenso wie die entsprechende Kristallisationstemperatur  $T(t)$ . Die Kurve 58 wurde als Funktion des Phasendiagramms des gelösten Stoffs in dem Lösungsmittel erstellt.

Unter Bezug auf Fig. 1 werden die Absenkgeschwindigkeiten durch die Einrichtung A bestimmt, und die Integration dieser Einrichtung ermöglicht es, in C die Menge des kristallisierten gelösten Stoffs und folglich den Wert der Konzentration  $x(t)$  an gelöstem Stoff im Lösungsmittel zu bestimmen. Das Programmiergerät in C bestimmt dann den Wert der Kristallisationstemperatur  $T(t)$  und gibt mittels der Heizeinrichtung D den Temperaturwert  $T_{\max}(t) = T(t) + \Delta T$  an das Niveau  $N_2$  weiter; dabei ist der beim Niveau  $N_1$  zur Anwendung gelangende Wert der Wert  $T(t)$ .

Der erfindungsgemäße Ofen ermöglicht die Gewinnung von Einkristallen, insbesondere von Halbleitern des Typs II-VI und IV-VI, z.B. CdTe, ZnTe, HgTe, PbTe, PbSe, SnTe, MgTe, CdHgTe, PbSnTe, PbSnSe, CdZnTe, ZnMgTe, CdMgTe, wobei das Lösungsmittel Tellur ist.

Die erhaltenen Verbindungen sind von ausgezeichneter Qualität, denn die Kristallisationsgeschwindigkeit ist die tatsächliche Verschiebungsgeschwindigkeit des Schiffchens, was es

erlaubt, die Kristallisationsgrenzfläche in den Bereichen optimaler Gradienten zu halten.

### Beispiele

Der Kristallisationsofen ermöglichte die Gewinnung der folgenden Kristalle:

ZnTe: Stab von 250 mm Länge

45 mm Durchmesser

geringe Konzentration an Verunreinigungen,  
Störstellen  $< 1000/\text{cm}^2$

geeignet für die Elektrolumineszenz

ZnMgTe: Stab von 250 mm Länge

45 mm Durchmesser

geringe Konzentration an Verunreinigungen,  
Störstellen  $< 1000/\text{cm}^2$

geeignet für die Elektrolumineszenz

CdTe: Stab von 250 mm Länge

CdMgTe: 45 mm Durchmesser

geringe Konzentration an Verunreinigungen,  
Störstellen  $< 1000/\text{cm}^2$

geeignet für nukleare Nachweise.

### Beispiel I

Konstante Kristallisationsgeschwindigkeit.

Man füllt das Schiffchen 8 mit einem aus 620 g Cadmium und 1055 g Tellur bestehenden Gemisch, was einem Molanteil an Tellur von 0,6 und einer Anfangskristallisationstemperatur von  $967^\circ\text{C}$  entspricht.

In diesem Beispiel wird eine konstante Schiffchen-Verschiebungsgeschwindigkeit von 300  $\mu\text{m/h}$  gewählt. Unter diesen Bedingungen ist die Ofen-Regelungstemperatur, gegeben durch die Einrichtung D, eine parabolische Funktion der Zeit, wiedergegeben in Spalte 6 der folgenden Tabelle I. Diese Funktion ist in der Einrichtung C programmiert, die die Einrichtung D steuert.

Ausgehend von diesen Bestandteilen wurde ein CdTe-Kristall von 45 mm Durchmesser und 148 mm Länge hergestellt.

Die Entwicklung des Systems ist in Tabelle I zusammengefaßt.

#### Beispiel II

Veränderliche Kristallisationsgeschwindigkeit.

Das Schiffchen 8 wird mit einem aus 620 g Cadmium und 1055 g Tellur bestehenden Gemisch gefüllt, was einem Molanteil des Tellurs von 0,6 und einer Anfangskristallisationstemperatur von 967 °C entspricht.

In diesem Beispiel sind die Änderungen der Ofentemperatur linear als Funktion der Zeit (Spalte 6 der folgenden Tabelle II), und die von der Einrichtung A gesteuerte Geschwindigkeit ist kontinuierlich variabel. Diese Geschwindigkeit nimmt linear als Funktion der kristallisierten Länge ab (Spalte 2). Sie ist in der Einrichtung C, die die Einrichtung A steuert, programmiert.

Ausgehend von diesen Bestandteilen wurde ein CdTe-Kristall von 45 mm Durchmesser und 148 mm Länge gewonnen. Die Entwicklung des Systems ist in der Tabelle II zusammengefaßt.

. 14.

Tabelle I

Beispiel für CdTe mit konstanter Geschwindigkeit

kristallisierte Länge y mm	Geschwindigkeit y' mm/h	Zeit t h	Te-Konzentration x Te	Grenzflächen- temperatur T <sub>i</sub> °C	bei 26 gemessene Temperatur in °C T <sub>26</sub> = T <sub>i</sub> + 30°C
0	0,30	0	0,600	967	997
34		113	0,617	950	980
56		187	0,838	930	960
76		253	0,662	910	940
89		297	0,686	890	920
100		333	0,711	870	900
109		363	0,737	850	880
116		387	0,762	830	860
120		400	0,786	810	840
126		420	0,809	790	820
130		433	0,830	770	800
133		443	0,849	750	780
138		460	0,890	700	730
148		493	0,990	446	

Tabelle II

Beispiel für CdTe mit variabler Geschwindigkeit

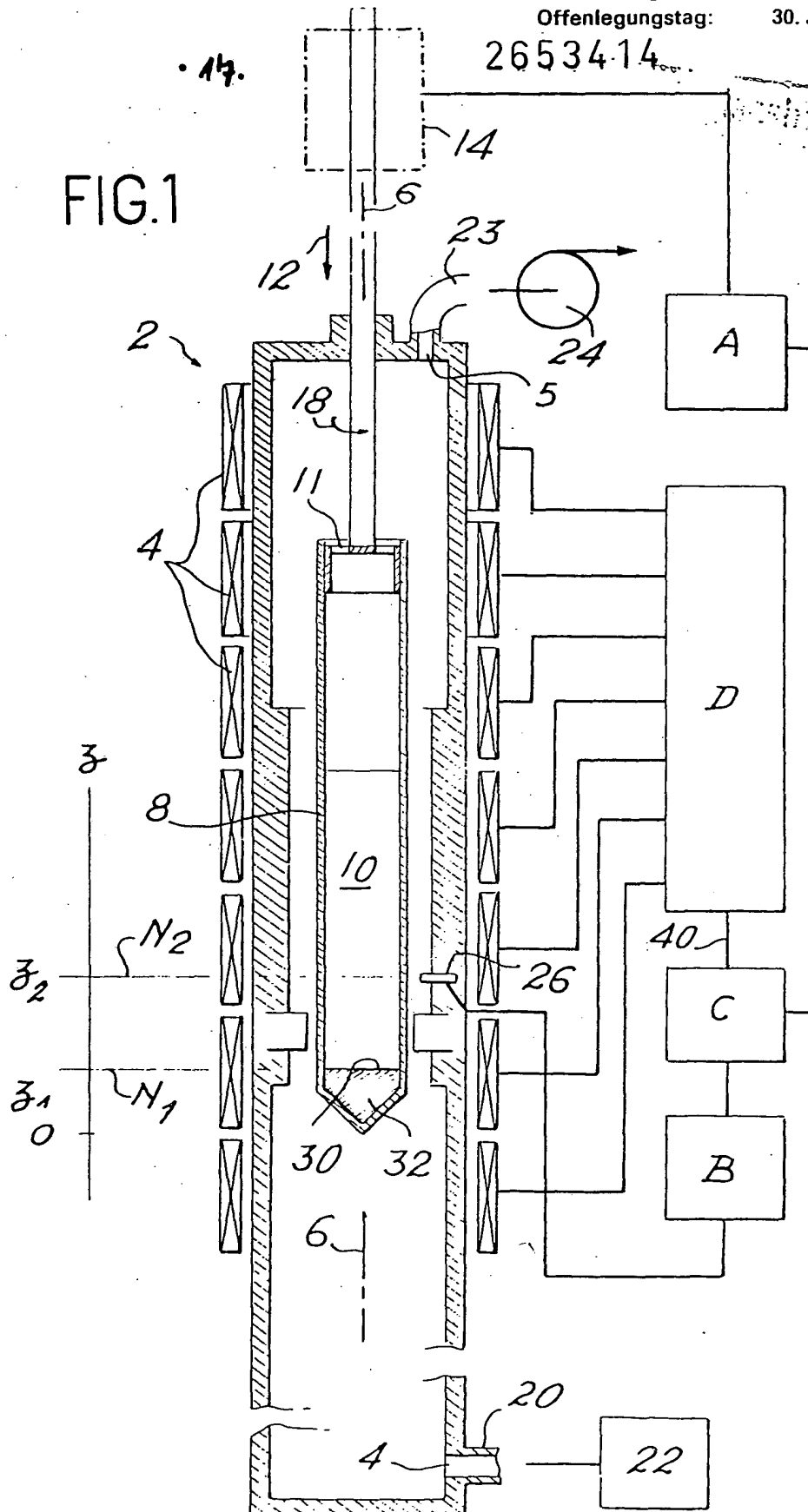
kristallisierte Länge $y$ mm	Geschwindigkeit $y'$ mm/h	Zeit $t$ h	Te-Konzentration $x$ Te	Grenzflächentemp. $T_i$ °C	bei 26 gemessene Temperatur in °C $T_{26} = T_i + 30^\circ\text{C}$
0	0,92	0	0,600	967	997
34	0,72	42	0,617	950	980
56	0,59	75	0,638	930	960
76	0,48	112	0,662	910	940
89	0,40	142	0,686	890	920
100	0,34	171	0,711	870	900
109	0,29	200	0,737	850	880
116	0,25	226	0,762	830	860
120	0,22	243	0,786	810	840
126	0,19	272	0,809	790	820
130	0,17	295	0,830	770	800
133	0,15	314	0,849	750	780
138	0,12	351	0,890	700	730
148	0,06	464	0,990	446	



Nummer:  
 Int. Cl. 2:  
 Anmeldetag:  
 Offenlegungstag:

26 53 414  
 B 01 J 17/14  
 24. November 1976  
 30. Juni 1977

FIG.1



-16-

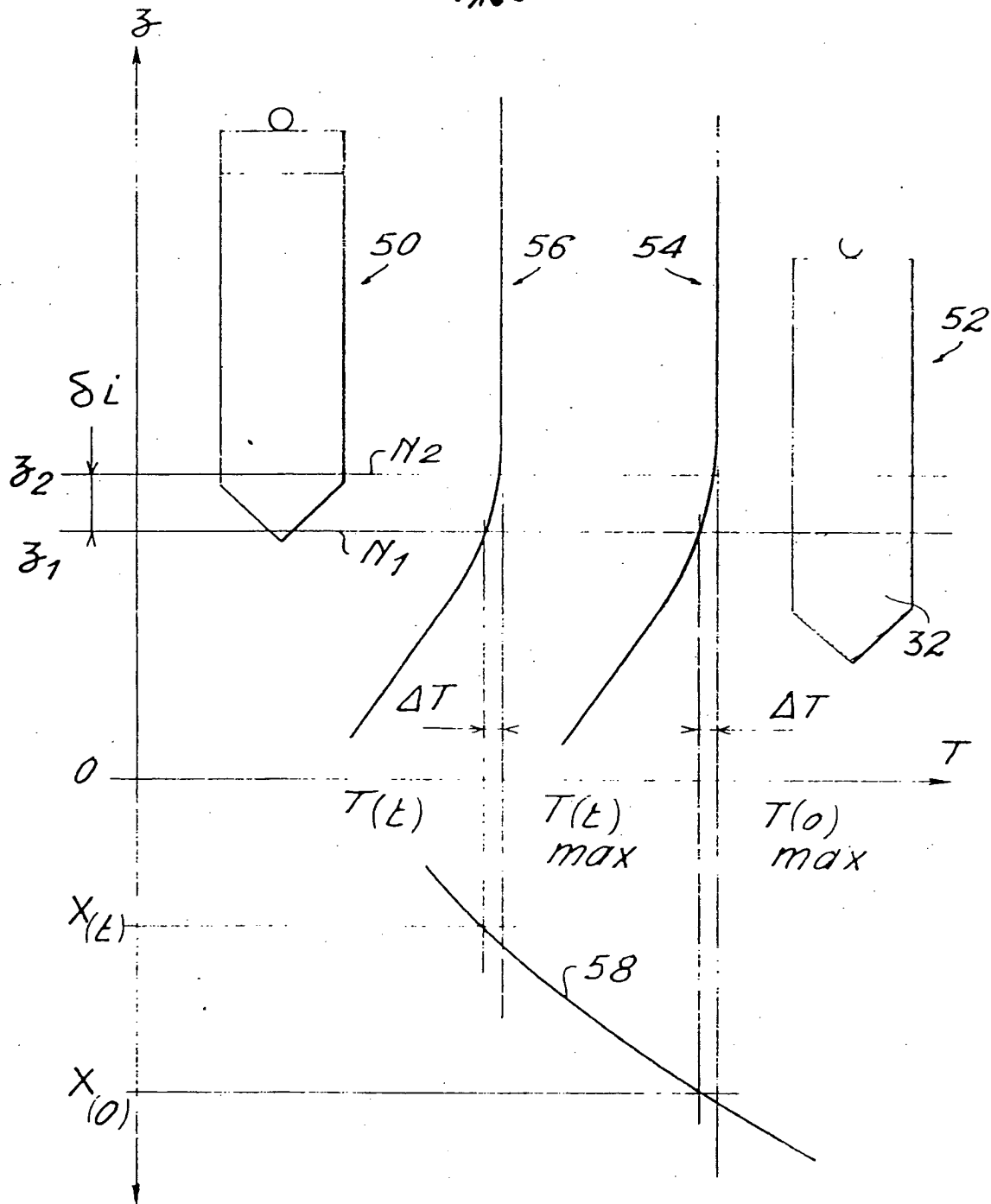


FIG. 2